



SKRIPSI – TK141581

SINTESA PARTIKEL SILIKA DARI NATRIUM SILIKA DI DAERAH ANODA SEL ELEKTROKIMIA

Oleh :

Fadhil Ghoffar

2311100064

Happy Ramadhan

2311100067

Dosen Pembimbing :

Ir. Minta Yuwana, M.S

NIP. 1952 10 02 1978 03 1001

Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng

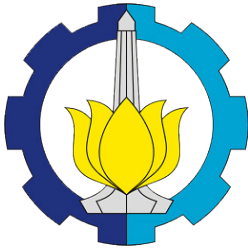
NIP. 1967 02 03 1991 02 1001

Jurusan Teknik Kimia

Fakultas Teknologi Industri

Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

2016



FINAL PROJECT – TK141581

**SYNTHESIZE SILICA PARTICLES FROM
SODIUM SILICATE IN THE ANODE AREA
OF ELECTROCHEMICAL CELL**

Authors :

Fadhil Ghoffar

2311100064

Happy Ramadhan

2311100067

Advisors :

Ir. Minta Yuwana, M.S

NIP. 1952 10 02 1978 03 1001

Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng

NIP. 1967 02 03 1991 02 1001

Chemical Engineering Department

Faculty of Industrial Technology

Sepuluh Nopember Institute of Technology Surabaya

2016

LEMBAR PENGESAHAN

SINTESA PARTIKEL SILIKA DARI NATRIUM SILIKA DI DAERAH ANODA SEL ELEKTROKIMIA

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar
Sarjana Teknik pada Program Studi S-1 Jurusan Teknik Kimia
Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh :

Fadhil Ghoffar
Happy Ramadhan

NRP. 2311 100 064
NRP. 2311 100 067

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Ir. Minta Yuwana, MS
(Pembimbing)
2. Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M. Eng
(Pembimbing)
3. Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng
(Penguji I)
4. Fadliatul Taufany, S.T, Ph.D
(Penguji II)
5. Ni Made Intan Putri Suari, S.T, M.T
(Penguji III)



Surabaya, Januari 2016

SINTESA PARTIKEL SILIKA DARI NATRIUM SILIKA DI DAERAH ANODA SEL ELEKTROKIMIA

Nama : Fadhil Ghoffar (2311100064)
Happy Ramadhan (2311100067)
Jurusan : Teknik Kimia ITS
Pembimbing : Ir. Minta Yuwana, MS
Prof.Dr.Ir.Heru Setyawan, M.Eng

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk melakukan sintesis silika dari *water glass* (natrium silika) dengan metode elektrokimia dan untuk mengetahui karakteristik partikel silika yang dihasilkan. Penelitian terdiri dari tiga tahapan, yaitu pembuatan silika, pengeringan serta uji karakterisasi produk yang dihasilkan. Larutan natrium silika dimasukkan ke dalam wadah yang telah dirangkai menjadi dua bagian (daerah anoda dan daerah katoda) dimana membran kation sebagai pembatas diantara dua bagian tersebut. Di daerah anoda dipenuhi dengan natrium silika sebanyak kurang lebih 1125 ml sedangkan di daerah katoda dipenuhi dengan aquadest dengan volume yang sama. Silika dibuat dengan cara elektrolisis dengan karbon sebagai elektroda. Saat elektrolisis berlangsung, setiap 30 menit dilakukan pengukuran pH pada bagian anoda dan katoda hingga pH di katoda dan anoda sama serta setiap 30 menit pula dilakukan pengambilan sedikit larutan untuk dianalisa dengan PSA (*Particle Size Analyzer*), dan AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometer*). Ketika elektrolisis selesai, larutan di anoda diambil dan di *aging* selama 18 jam setelah itu disaring endapannya kemudian dikeringkan di dalam oven selama 18 pada suhu 80° C. Silika yang terbentuk kemudian dianalisa dengan BET (*Brunauer-Emmet-Teller*) dan EDAX (*Energy Dispersive X-Ray Analysis*) untuk mengetahui karakteristik dari produk yang dihasilkan. Serbuk silika dapat disintesa dengan metode

elektrolisis. Sintesa dilakukan dengan cara melakukan pengurasan/mengganti air yang ada di bagian katoda dan dengan cara mengencerkan larutan natrium silika/*water glass* dengan larutan NaCl. *Yield* yang paling baik pada sampel pengenceran *water glass* 11x dengan larutan NaCl 15%.

Kata kunci : elektrolisis, elektroda, silika.

SYNTHETIZE SILICA PARTICLES FROM SODIUM SILICATE IN THE ANODE AREA OF ELECTROCHEMICAL CELL

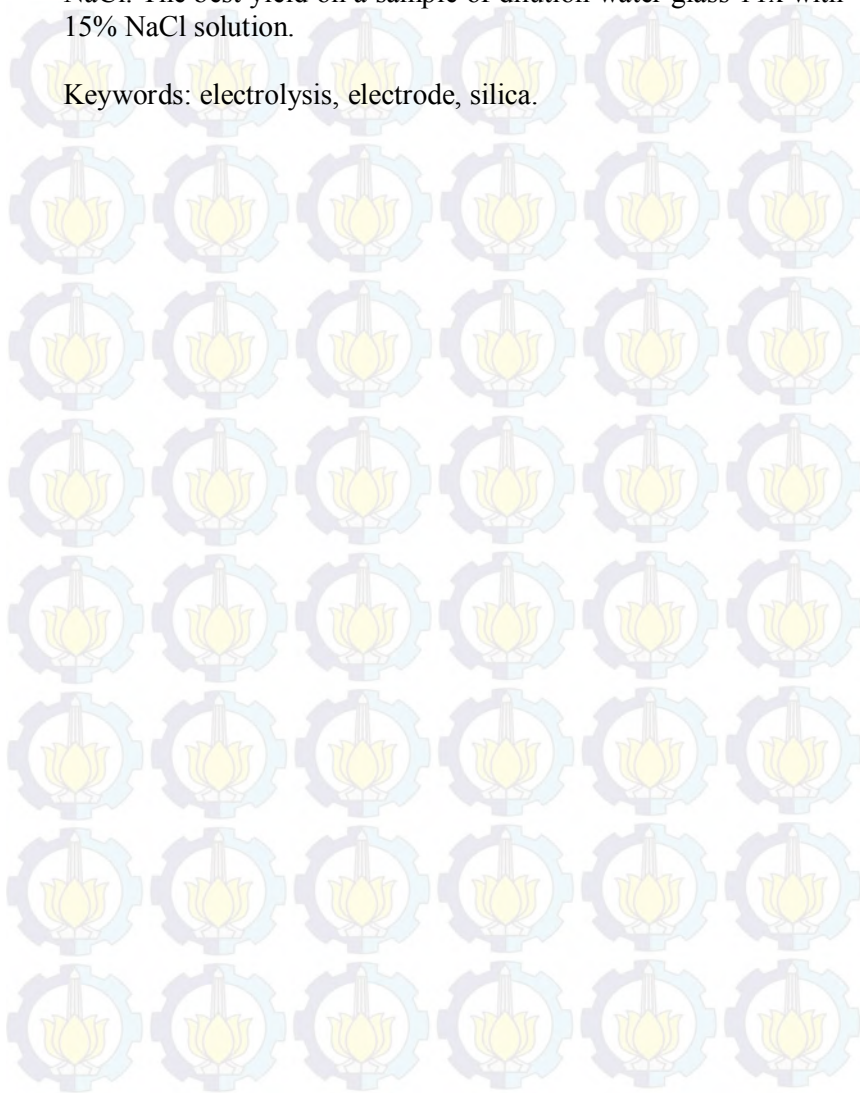
Name : Fadhil Ghoffar (2311100064)
Happy Ramadhan (2311100067)
Department : Teknik Kimia ITS
Advisor : Ir. Minta Yuwana, MS
Prof.Dr.Ir.Heru Setyawan, M.Eng

ABSTRACT

This study was purposed to synthesize silica from water glass using electrochemical method and discover the characteristics of the silica particles produced. The study consist of three stages; synthesis of silica, drying, and characterization of the product. Water glass/sodium silica (solution) put into the vessel that had been made into two parts (anode area and cathode area) where the membrane cation as the divider of those two parts. The anode area filled by sodium silica as much as 1125 ml while in the cathode area filled by aquadest with the same volume. Silica was made by electrolysis and the carbon as the electrode. When electrolysis was taking place, every 30 minutes is measured pH in the anode and cathode area until the pH in catode and anode was same and every 30 minutes also take a little retrieval solution for analysis by PSA (*Particle Size Analyzer*), and AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometer*). When electrolysis was done, solution in anode was taken and aging for 18 hours then filter the precipitate of silica after that dry in oven for 18 hours at 80° C. Silica that formed was analyzed by BET (*Brunauer-Emmet-Teller*) and EDAX (*Energy Dispersive X-Ray Analysis*), for discovering the characteristics of the product. Silica powders could be synthesized by electrolysis method. Synthesis is performed by dewatering / replacing the existing water at the cathode and the way

dilute solution of sodium silica / water glass with a solution of NaCl. The best yield on a sample of dilution water glass 1 lx with 15% NaCl solution.

Keywords: electrolysis, electrode, silica.



KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Tuhan Yang Maha Kuasa yang telah memberikan rahmat dan hidayah-Nya sehingga kami dapat menyelesaikan laporan skripsi yang berjudul **“SINTESA PARTIKEL SILIKA DARI NATRIUM SILIKA DI DAERAH ANODA SEL ELEKTROKIMIA”** dan menyelesaikan skripsi ini tepat pada waktunya.

Selama penyusunan skripsi ini, kami banyak sekali mendapat bimbingan, dorongan, serta bantuan dari banyak pihak. Untuk itu, kami ingin mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Bapak Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng dan Bapak Ir. Minta Yuwana, M.S selaku Dosen Pembimbing, atas bimbingan dan saran yang telah diberikan.
2. Orang tua serta saudara-saudara kami, atas doa, bimbingan, perhatian, dan kasih sayang yang selalu tercurah selama ini.
3. Bapak Juwari, S.T, M.Eng., Ph.D selaku Ketua Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
4. Bapak Setiyo Gunawan, S.T Ph.D selaku koordinator tugas akhir Jurusan Teknik Kimia.
5. Bapak dan Ibu Dosen pengajar serta seluruh karyawan Jurusan Teknik Kimia ITS.

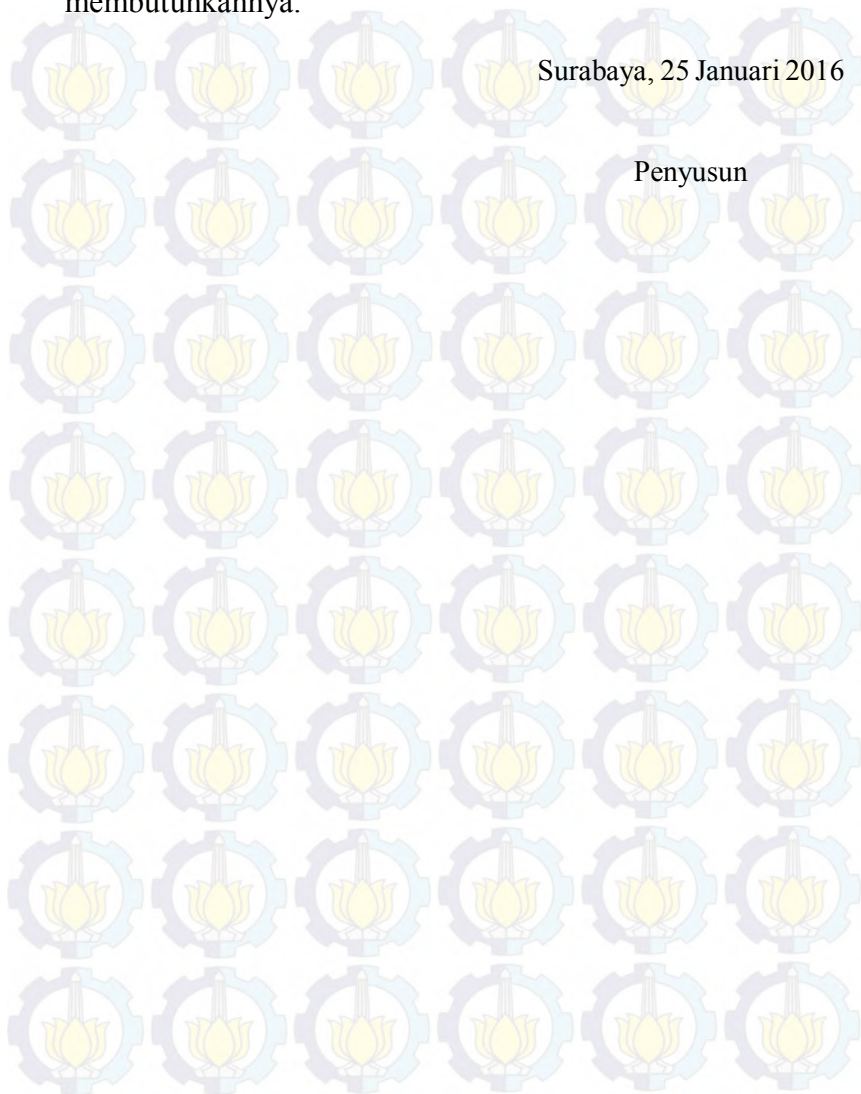
Teman-teman di Laboratorium Elektrokimia dan Korosi Teknik Kimia, dan teman-teman K-51 atas bantuan, saran, kritik dan dukungannya.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan laporan ini masih terdapat kekurangan sehingga krtik yang membangun, saran, serta jenis masukan lainnya sangat kami harapkan. Penulis berharap semoga laporan ini dapat memberikan

manfaat bagi penulis sendiri maupun semua pihak yang membutuhkannya.

Surabaya, 25 Januari 2016

Penyusun



DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
ABSTRACT	iii
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR NOTASI	xv
BAB I PENDAHULUAN	

I.1 Latar Belakang Penelitian	1
I.2 Rumusan Masalah	3
I.3 Tujuan Penelitian	3
I.4 Manfaat penelitian	3

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

II.1 Silika	5
II.2 Sistem Silika-Air	9
II.3 Elektrokimia	10
II.4 Sintesis silika dengan Metode Elektrokimia ..	11

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

III.1 Gambaran Besar Penelitian	13
III.2 Bahan Penelitian	13
III.3 Eksperimen	14
III.3.1 Tanpa Pengenceran	15
III.3.2 Pengenceran dengan H ₂ O	16
III.3.3 Pengenceran dengan Larutan NaCl	16
III.4 Karakterisasi produk	17

BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

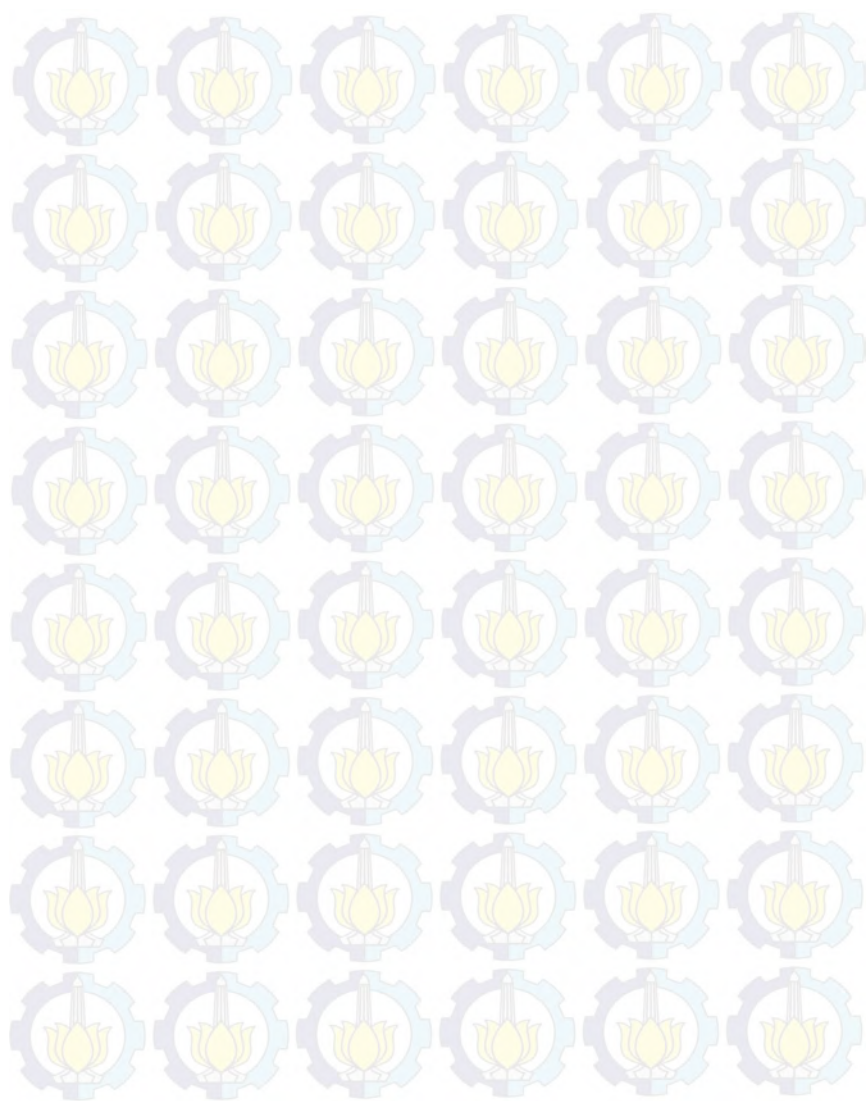
IV.1 Tanpa Pengenceran	20
IV.2 Pengenceran dengan H ₂ O	24
IV.3 Pengenceran dengan Larutan NaCl	26

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

33

DAFTAR PUSTAKA

xi



DAFTAR GAMBAR

Gambar II.1	Skema replikasi struktur kristal koloidal ke dalam material berpori	6
Gambar II.2	Klasifikasi adsorpsi isotherm menurut BDDT. W, berat teradsorpsi; P, tekanan	8
Gambar II.3	Jenis sel elektrokimia	10
Gambar II.4	Prosedur Kerja Penelitian	13
Gambar III.1	Skema alat percobaan sintesa silika dengan metode elektrokimia	15
Gambar IV.1	Grafik pH terhadap waktu (jam) sampel tanpa pengenceran	20
Gambar IV.2	Grafik diameter rata-rata ukuran partikel yang terbentuk (nm) terhadap waktu (jam) pada sampel tanpa pengenceran	21
Gambar IV.3	Grafik Kadar Na (mg/l) terhadap waktu (h) pada sampel tanpa pengenceran	21
Gambar IV.4	Hasil uji SEM sampel tanpa perlakuan dengan pengurusan	23
Gambar IV.5	Grafik pH terhadap waktu (jam) sampel pengenceran dengan H ₂ O	24
Gambar IV.6	Grafik arus (A) terhadap waktu (jam) pengenceran dengan H ₂ O	25
Gambar IV.7	Grafik pH terhadap waktu (jam) sampel pengenceran dengan larutan NaCl	27
Gambar IV.8	Grafik Kadar Na (mg/l) terhadap waktu (jam) sampel pengenceran dengan larutan NaCl	28
Gambar IV.9	Grafik distribusi rata-rata ukuran partikel (nm) terhadap waktu (jam) pada sampel pengenceran dengan larutan NaCl	28
Gambar IV.10	Serbuk silika hasil elektrolisis	29



DAFTAR NOTASI

Simbol	Keterangan	Satuan
BM	berat molekul	gram/mol
m	massa	gram
ρ	densitas	gram/liter
V	voltase	volt
I	arus	ampere
P	<i>power</i>	watt



DAFTAR TABEL

Tabel IV.1	EDX sampel tanpa perlakuan dengan pengurangan	23
Tabel IV.2	<i>Percent recovery</i> endapan dari pengenceran dengan larutan NaCl	30
Tabel IV.3	Hasil dari uji BET	30
Tabel IV.4	EDX sampel NaCl Jenuh	30
Tabel IV.5	EDX sampel NaCl 20%	31
Tabel IV.6	EDX sampel NaCl 15%	31
Tabel IV.7	EDX sampel NaCl 10%	31
Tabel IV.8	sampel NaCl 15%, silika 2%	31
Tabel IV.9	sampel NaCl 15%, silika 5%	32



BAB I

PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang Penelitian

Silika banyak sekali digunakan dalam industri baik sebagai produk akhir maupun sebagai bahan penunjang proses industri. Silika banyak digunakan pada industri-industri strategis misalnya, industri pasta gigi, perawatan kulit, bir (pemrosesan bir), pelapisan kertas (paper coating), bahkan dimanfaatkan sebagai desikant, pendukung katalis, katalis polyolefin, antibloking agent dan dalam bidang farmasi.

Pada umumnya silika berbentuk *powder*, *flake*, ataupun gel yang mempunyai banyak fungsi dalam penunjang kebutuhan sehari-hari. Silika yang berbentuk *powder*, berupa partikel kecil dan berpori dengan ukuran submicron hingga beberapa mikrometer memiliki aplikasi yang penting sebagai katalis, mikroelektronik, pembawa dan pengontrol terlepasnya zat obat, *low dielectric constant fillers*, sensor dan *electro-optics*. Berkaitan dengan aplikasi tersebut maka sangatlah penting untuk mengembangkan sebuah proses yang bisa memproduksi partikel dengan karakteristik yang terkontrol, antara lain : ukuran, morfologi, volume pori dan lain-lain. Untuk produk berbentuk gel, struktur lebih diarahkan pada volume pori dan distribusi ukuran pori.

Selama ini silika banyak diproduksi oleh industri dengan metode sol-gel karena lebih sederhana prosesnya dan lebih mudah pengontrolan kondisi operasinya. Luas permukaan spesifik silika dengan proses sol-gel berkisar antara 30 m²/g hingga 900 m²/g. Luas permukaan silika dapat ditingkatkan dengan adanya pori-pori pada partikel silika dengan cara penambahan template dan karbonisasi.

Material berpori banyak digunakan sebagai adsorbent, separator, pendukung katalis dan aplikasi lainnya. Ukuran pori dapat diklasifikasikan menjadi macro, meso dan micro seperti contohnya berturut-turut material tahan panas, *porous glass-mesoporous silika*, dan zeolit-karbon aktif terutama *mesoporous materials*-zeolit karena strukturnya dapat diaplikasikan sebagai saringan molekul dan sebagai *adsorbent* untuk memisahkan dan menyerap molekul yang berukuran besar. *Mesoporous materials* juga digunakan sebagai template untuk pembentukan material lain.

Kamath dan Proctor (1998) telah mengembangkan metode untuk merecovery silika dari abu sekam padi dengan cara mendispersikan dalam larutan NaOH untuk melarutkan silica sehingga diperoleh larutan sodium silikat yang kemudian dititrasi dengan asam pekat (seperti asam sulfat dan asam klorida) hingga pH 7 untuk mendapatkan gel. Silika gel ini kemudian dikeringkan untuk mendapatkan hasil akhir dengan kandungan moisture lebih besar dari 65%. Akan tetapi metode ini memiliki kelemahan yaitu titrasi menggunakan asam pekat yang memiliki sifat korosif.

Berdasarkan penelitian-penelitian yang dilakukan selama bertahun-tahun, bahan baku yang dijadikan sumber silika biasanya berupa tetraethyl orthosilicate (TEOS) ataupun tetramethyl orthosilicate (TMOS) karena kandungan silikanya yang banyak. Akan tetapi, TEOS dan TMOS merupakan bahan baku yang mahal, sulit didapatkan dan agak beracun. Untuk mengatasi hal itu, maka dapat digunakan water glass atau sodium silikat karena lebih murah dan mudah memperolehnya.

Oleh karena berbagai pertimbangan baik keuntungan maupun kerugian, maka dalam penelitian ini akan dikembangkan metode untuk mensintesa partikel silika

berpori dari sodium silikat dengan elektrokimia. Sodium silikat merupakan bahan yang mudah didapat dan murah, serta dengan menggunakan metode elektrokimia, tidak perlu ada penambahan asam pekat untuk menurunkan pH larutan.

I.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian diatas, maka pada penelitian ini masalah difokuskan pada bagaimana cara mensintesis partikel silika dari larutan natrium silika dan variasi pengenceran dengan metode elektrolisis.

I.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini yakni:

- a. Mensintesis partikel silika dengan metode elektrolisis.
- b. Mengetahui karakteristik partikel silika yang dihasilkan.

I.4 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini yaitu:

- a. Mengetahui sintesis partikel silika melalui metode elektrokimia dari larutan natrium silika.
- b. Memberikan kontribusi berupa data-data teknis untuk penelitian lebih lanjut.
- c. Menciptakan aplikasi-aplikasi baru yang berbasis silika melalui metode elektrokimia.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

II.1 Silika

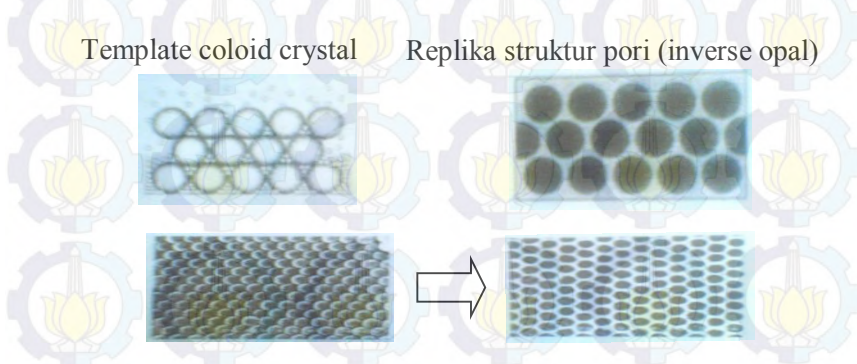
Senyawa kimia “*silicon dioxide*” atau juga disebut sebagai “silika” mempunyai susunan kimia SiO_2 atau $\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$. Silika merupakan senyawa logam oksida yang banyak terdapat di alam, namun keberadaannya di alam tidak dalam kondisi bebas melainkan terikat dengan senyawa lain baik secara fisik maupun kimia seperti pada tanaman, bambu, gandum dan lain sebagainya (Vansant dkk, 1995).

Silika gel atau precipitated silika sudah banyak digunakan aplikasinya dalam dunia industri karena sifat dan morfologinya yang unik, yang meliputi antara lain : luas permukaan dan volume porinya yang besar, dan kemampuan untuk menyerap berbagai zat seperti air, oli dan bahan radioaktif, penggunaan ini misalnya: untuk pasta gigi, bir (pemrosesan bir), pelapisan kertas (*paper coating*), desikan, *antiblocking agent*, farmasi. Tetapi pada penggunaan tertentu misalnya untuk: katalis, adsorben, maupun untuk penggunaan dalam *drug delivery system*, diperlukan silika dengan spesifikasi tertentu sehingga dipakai template dalam sintesa untuk memperoleh silika dengan struktur pori sesuai yang diinginkan.

Bentuk-bentuk silika disini yaitu padatan memiliki luas permukaan spesifik lebih dari sekitar 5 m^2/g . Keadaan subdivisi berkisar dari ukuran besar, massa solid untuk partikel submicroscopic, dan tingkat hidrasi dari hampir anhidrat SiO_2 ke massa gelatin lembut mengandung 100 bagian air per bagian dari silika. Fitur umum dari gel dan bubuk adalah bahwa mereka terdiri dari partikel-partikel silika akhir dari ukuran koloid, mulai dari 1 sampai 100 nm diameter (Ralph 1979).

Struktur pori pada partikel silika ada dua jenis: *irregular ordered* dan *regular ordered*. Pembuatan partikel silika berpori dengan tipe *regular ordered* bisa dilakukan dengan cara penambahan template, disini template dipakai sebagai cetakan

(pembantu dan pengarah) dalam pembentukan pori, dimana partikel koloidal primer akan mengisi celah-celah diantara susunan template, sehingga ketika template dikeluarkan dari kristal, akan terbentuk partikel silika yang berongga dengan struktur yang teratur (Gambar 2.1) (Iskandar, 2002). Berdasarkan ukuran pori – pori yang utama, IUPAC mengklasifikasikan material berpori menjadi 3 kelas: (1) *microporous*, dengan ukuran pori < 2.0 nm, (2) *mesoporous*, dengan ukuran pori 2 - 50 nm, (3) *macroporous*, dengan ukuran pori > 50 nm (Dong, 2002). Untuk memperoleh *regular ordered pores* atau pori dengan susunan teratur biasanya dipakai template berupa surfaktan dan polimer (Jia dkk, 2004).



Gambar II.1 Skema replikasi struktur kristal koloidal ke dalam material berpori

Pengklasifikasian partikel dapat juga dilakukan berdasarkan adsorpsi isothermnya. Brunauer, Deming, Deming dan Teller mengklasifikasikan adsorpsi isotherm menjadi 5 tipe seperti gambar dibawah ini. Masing – masing tipe menunjukkan kondisi yang unik. Tipe-tipe adsorpsi isotherm yaitu:

- a. Tipe isotherm 1
Tipe 1 mengindikasikan bahwa pori yang terbentuk termasuk microporous dimana permukaan mikropori diisi oleh adsorbate sampai adsorpsi tidak terjadi kembali.

b. Tipe isotherm 2

Tipe 2 paling sering dijumpai. Adsorpsi pada tipe ini terjadi pada serbuk nonporous atau pada serbuk dengan diameter yang lebih besar daripada mikropori. Titik pembengkokan isothermal biasanya terjadi pada saat monolayer pertama teradsorpsi sempurna sehingga meningkatkan tekanan relatif, sedangkan lapisan kedua dan seterusnya akan sempurna sampai mencapai kejenuhan dari sejumlah lapisan yang diadsorpsi tak terbatas.

c. Tipe isotherm 3

Pada prinsipnya tipe ini dikarakteristikan dengan panas adsorpsi yang kurang dari panas pencairan adsorbat. Adsorpsi lanjutan terjadi karena interaksi adsorbat dengan lapisan yang teradsorpsi lebih besar daripada interaksi dengan permukaan adsorbent.

d. Tipe isotherm 4

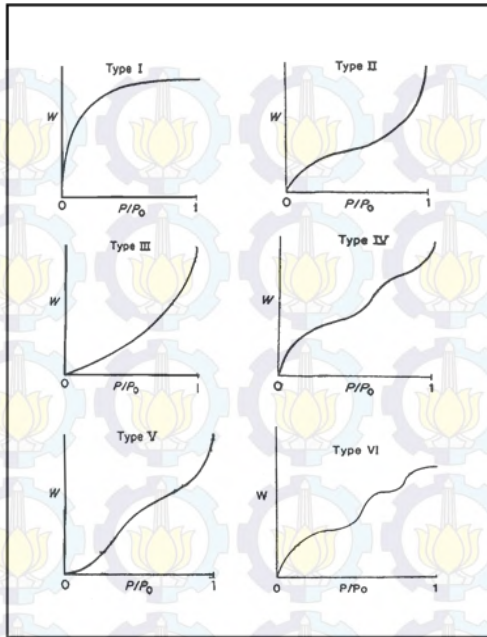
Tipe isotherm ini terjadi pada adsorbent berpori yang memiliki pori dengan range radius sekitar 15–1000 angstroms (\AA). Slope meningkat pada tekanan yang tinggi yang menandakan bahwa terjadi peningkatan kecepatan pengisian pori dengan adsorbat.

e. Tipe isotherm 5

Tipe 5 dihasilkan dari hubungan potensial yang kecil antara adsorbate-adsorbent. Tipe ini hampir sama dengan tipe 3. Tipe 5 ini mempunyai range jari-jari pori yang sama dengan tipe 4.

f. Tipe isotherm 6

Tipe ini baru dan saat ini jarang ditemukan.



Gambar II.2 Klasifikasi adsorpsi isotherm menurut BDDT. W , berat teradsorpsi; P , tekanan equilibrium adsorbat; P_o , tekanan uap jenuh equilibrium adsorbat; P/P_o , tekanan relatif. Kondensasi terjadi pada $P/P_o \geq 1$

Contoh aplikasi silika berpori dengan kualifikasi khusus misalnya: katalis MCM-41, katalis ini biasanya dibuat dengan bahan dasar tetramethyl orthosilicate (TMOS), dan tetraethyl orthosilicate (TEOS). MCM-41 merupakan silika hexagonal dengan pori – pori berbentuk silinder, dan berdiameter 1,5 – 20 nm. Properti seperti inilah yang membuat MCM-41 bisa menjadi katalis untuk berbagai macam material. MCM-41 dibuat dengan memakai surfaktan sebagai template, dan menggunakan metode kalsinasi pada suhu 550 °C untuk menghilangkan templatennya. Kalsinasi dapat menyebabkan perubahan struktur silika, bahkan

pengkerutan. Oleh karena itu saat ini dikembangkan metode superkritis untuk menghilangkan template. Fluida superkritis telah banyak digunakan karena mempunyai viskositas rendah, media reaksi dengan tegangan permukaan yang rendah, sehingga ketika template dibuang pada kondisi tersebut tidak terjadi perubahan struktur pori. Kenyataannya viskositas yang rendah, dan tingginya nilai difusivitas yang melekat pada fluida superkritis merupakan alasan yang tepat agar reagent dapat mengalir keluar masuk dengan baik melewati celah dari pori – pori material. Terlebih lagi, telah dilaporkan bahwa 90 % dari surfaktan yang sudah ada (cetyltrimethyl ammonium hydroxide) di dalam pori-pori dari MCM-41 dapat diekstrak dengan menggunakan CO₂ superkritis yang dimodifikasi pada tekanan tinggi sampai 35 Mpa. Modifikasi yang dilakukan yaitu dengan menggunakan campuran metanol/dichloromethane untuk menghilangkan cetyltrimethyl ammonium hydroxide (CTAB). Dengan cara itu diperoleh hasil MCM-41 dengan luas permukaan yang lebih besar, serta jumlah pori-pori yang lebih banyak bila dibandingkan dengan hasil yang diperoleh melalui kalsinasi pada suhu 550 °C (Lu dkk, 2003).

II.2 Sistem Silika-Air

Air adalah cairan yang unik, begitu juga silika amorf solid-solid yang unik. Air dan silika serupa, keduanya terutama terdiri dari atom oksigen dengan atom hidrogen atau silikon. Seperti yang ditunjukkan oleh Weyl dan Marboe "beberapa sifat air dan silika sangat mirip bahwa transisi antara asam silikat terhidrasi dan matriks berair adalah salah satu bertahap." Washburn mencatat bahwa air dan silika amorf keduanya memiliki suhu volume minimum. Efraim mengamati kesamaan lain antara silika dan air dalam air yang jauh kurang padat dari yang diharapkan dari kemasan dekat atom konstituen dan dari studi difraksi sinar-X. Bernal dan Fowler menyimpulkan bahwa molekul air tersusun dalam struktur yang agak terbuka seperti kuarsa, dan lewat-dingin air memiliki masih lebih terbuka struktur, seperti tridimit. Tidak ada bukti bahwa silika adalah "larut" ke tingkat yang cukup dalam

cairan selain air. Namun, pernyataan itu mungkin tergantung pada definisi "larut." Peleburan silika melibatkan reaksi kimia atau hidrolisis air berlebih dengan reaksi:

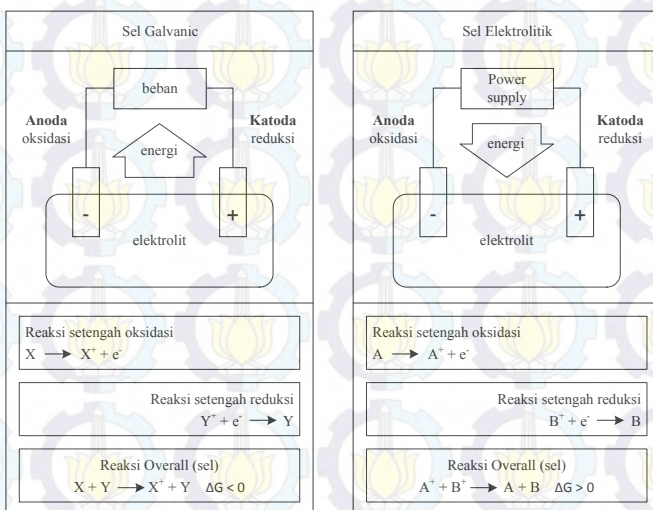


(Ralph, 1979)

II.3 Elektrokimia

Elektrokimia adalah ilmu yang mempelajari akibat transfer muatan listrik dari satu fasa ke fasa lain. Elektrokimia juga bisa diartikan sebagai studi tentang hubungan antara perubahan kimia dan kerja listrik. Elektrokimia dipelajari melalui penggunaan sel elektrokimia yang merupakan sistem dengan memasukkan reaksi redoks untuk menghasilkan atau menggunakan energi listrik.

Ada dua tipe sel elektrokimia yaitu sel Galvani dan sel Elektrolisis. Sel Galvani bekerja dengan melepaskan energi bebas dari reaksi spontan untuk menghasilkan listrik, sedangkan sel elektrolisis bekerja dengan menyerap energi bebas dari sumber listrik untuk menggerakkan reaksi tak spontan

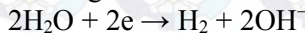


Gambar II.3 Jenis sel elektrokimia

II.4 Sintesis silika dengan Metode Elektrokimia

Sebuah sel elektrolisis, minimal terdiri dari sepasang elektroda, sebuah elektrolit dan sumber tegangan arus searah. Pada sintesis silika dengan metode elektrolisis, elektroda yang digunakan adalah sepasang elektroda yang terbuat dari karbon (C), elektrolit terdiri dari larutan Na_2SiO_3 .

Setelah kedua elektroda diberikan beda potensial yang cukup, maka mekanisme yang terjadi dalam elektrolit adalah ion negatif bermigrasi ke kutub positif, yaitu anoda. Sebaliknya ion positif bermigrasi ke elektroda negatif, yaitu Katoda. Tetapi karena proses ini memakai membran maka hanya ion-ion spesifik saja yang dapat melewati membran yaitu ion Na^+ . Pada katoda akan terjadi reduksi H_2O , yaitu mengikuti reaksi oksidasi berikut :



Sedangkan pada anoda terjadi reaksi reduksi air, yaitu:





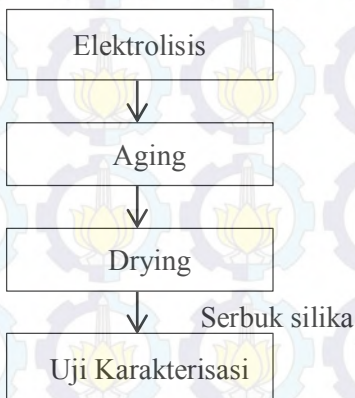
BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

III.1 Gambaran Besar Penelitian

Dalam penelitian ini, dipakai metode elektrokimia untuk membuat silika dari natrium silika dengan metode elektrokimia. Natrium silika akan dielektrolisis pada bagian anoda akan terjadi oksidasi H_2O sedangkan pada katoda akan terjadi reduksi H_2O proses akan diamati secara periodik serta dianalisa ukuran partikel dengan analisa PSA dan dianalisa konsentrasi dengan uji AAS.

Kemudian hasil di bagian anoda akan dikeringkan untuk mendapatkan partikel SiO_2 . Partikel yang dihasilkan kemudian dianalisa dengan BET untuk mengetahui *surface area* yang dihasilkan dan dianalisa EDAX untuk mengetahui komposisi yang terkandung pada serbuk tersebut. Adapun prosedur kerja ditunjukkan pada gambar 3.1.



Gambar III.1 Prosedur kerja penelitian

III.2 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian sintesa silika dengan metode elektrolisis antara lain:

1. Sodium silicate

Fungsi : Sebagai sumber silika

Sumber : PT.Gunung Bale

- Larutan A :

- $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O} = 0.88$
- Kadar SiO_2 dalam larutan adalah 3.1%

- Larutan B :

- $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O} = 1$
- Kadar SiO_2 dalam larutan adalah 6%

Sumber : Merck

- *Water glass* komersil

- $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O} = 3.375$
- Kadar SiO_2 dalam larutan adalah 27%

2. NaCl

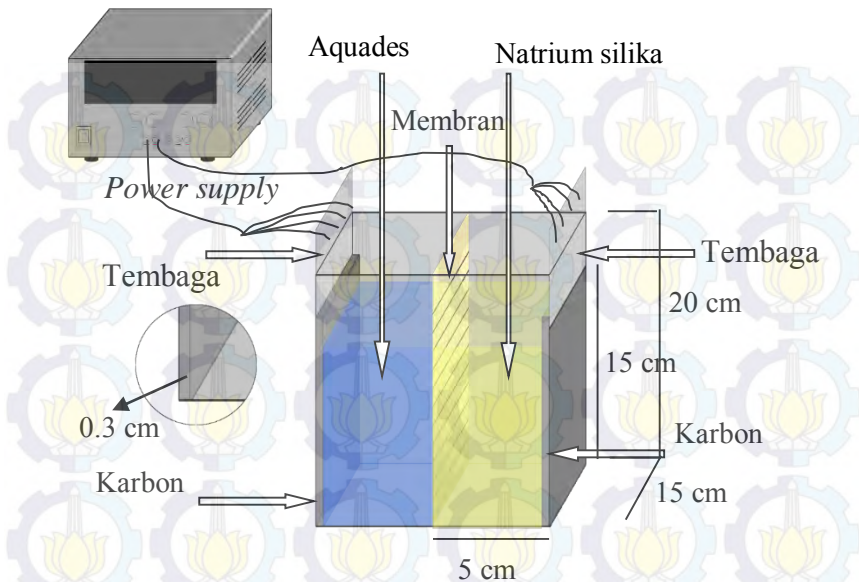
Fungsi : Sebagai *counter ion*

Sumber:Merck

3. Aquadest

III.3 Eksperimen

Pada percobaan ini, sintesis silika dilakukan pada *acrylic* yang telah dirangkai menjadi 2 bagian (anoda dan katoda) dengan membran kation sebagai pembatas diantara 2 bagian tersebut. Pada bagian anoda berisi larutan natrium silika dan pada bagian katoda berisi aquadest. Masing-masing bagian memiliki volume yang sama yaitu 1125 ml. Elektroda yang digunakan adalah karbon dengan dimensi 15 x 15 cm dan ketebalan 3 mm. Kedua elektroda disambungkan dengan catu daya *Direct Current* (DC). Elektrolisis dilakukan sampai pH pada larutan di bagian anoda dan katoda sama dimana setiap 30 menit dilakukan pengukuran pH serta pengambilan sampel untuk dilakukan uji PSA dan AAS. Selanjutnya hasil di bagian anoda akan di *aging* selama 18 jam lalu dikeringkan di dalam oven dengan suhu 80° C selama 18 jam kemudian dilakukan uji BET dan EDAX.



Gambar III.1 Skema alat percobaan sintesa silika dengan metode elektrokimia

Ada dua hal yang perlu di perhatikan pada larutan silika. Pertama, perbandingan antara SiO_2 dan Na_2O di dalam larutan. Kedua, yaitu kadar SiO_2 yang terkandung di dalam larutan. Variabel pada percobaan ini yaitu perlakuan (pengenceran) dan kadar SiO_2 yang terkandung di dalam larutan. Perlakuan yang akan dilakukan yaitu tanpa pengenceran, pengenceran dengan H_2O , pengenceran dengan larutan NaCl .

III.3.1 Tanpa Pengenceran

Komposisi larutan yang digunakan pada perlakuan ini yaitu:

- Larutan A:
 - o $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O} = 0.88$
 - o kadar SiO_2 dalam larutan adalah 3.1%

- Larutan B:
 - o $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O} = 1$
 - o kadar SiO_2 dalam larutan adalah 6%

Dimana percobaan dibedakan menjadi:

- a. Elektrolisis larutan A
- b. Elektrolisis larutan A dengan pengurasan
- c. Elektrolisis larutan B dengan arus tinggi
- d. Elektrolisis larutan B dengan arus rendah

III.3.2 Pengenceran dengan H_2O

Pada perlakuan ini, percobaan menggunakan *water glass* komersil dengan perbandingan $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O} = 3.375$ dan kandungan SiO_2 adalah 27%. Dimana percobaan dibedakan menjadi:

- a. Pengenceran 6x (*water glass* : $\text{H}_2\text{O} = 1 : 5$)

Kadar SiO_2 menjadi 4.5%

- b. Pengenceran 11x (*water glass* : $\text{H}_2\text{O} = 1 : 10$)

Kadar SiO_2 menjadi 2.45%

III.3.3 Pengenceran dengan Larutan NaCl

Sebelum mengelektrolisis, larutan tersebut diencerkan terlebih dahulu dengan larutan NaCl. Pengencerannya pun dilakukan secara bermacam-macam. Larutan NaCl yang digunakan untuk mengencerkan larutan silika/*water glass* yaitu larutan NaCl Jenuh, 20%, 15%, dan 10%. Pengenceran yang dilakukan yaitu sebesar 3x, 4x, 5.6x dan 11x. Sehingga pada perlakuan ini, kami melihat perbandingan Si dan Na, dimana percobaan dibedakan menjadi:

- a. Pengenceran 11x *water glass* dengan larutan NaCl Jenuh
Kadar SiO_2 dalam larutan menjadi = 2.45%
- b. Pengenceran 11x *water glass* dengan larutan NaCl 20%
Kadar SiO_2 dalam larutan menjadi = 2.45%
- c. Pengenceran 11x *water glass* dengan larutan NaCl 15%
Kadar SiO_2 dalam larutan menjadi = 2.45%

- d. Pengenceran 11x *water glass* dengan larutan NaCl 10%
kadar SiO_2 dalam larutan menjadi = 2.45%
- e. Pengenceran 3x larutan A dengan NaCl 15%
kadar SiO_2 dalam larutan menjadi = 2%
- f. Pengenceran 4x *water glass* dengan larutan NaCl 15%
kadar SiO_2 dalam larutan menjadi = 7%
- g. Pengenceran 4.6x *water glass* dengan larutan NaCl 15%
kadar SiO_2 dalam larutan = 5%

III.4 Karakterisasi Produk

Pengujian karakterisasi produk yang dilakukan untuk mengamati properti-properti yang terkait antara lain :

a. **Karakterisasi dengan adsorpsi nitrogen (*Surface Area and Pore Size Analyzer Quantachrome type NOVA 1200e*).**

Analisa ini dilakukan untuk mengetahui *surface area* serbuk silika yang telah dihasilkan dengan cara mengambil sedikit sampel dari produk yang telah terbentuk dan mengalisanya dengan *Brunauer-Emmet-Teller* (BET, *NOVA 1200 Quantachrom series*). Porositas material silika meliputi luas area spesifik (*surface area*), volume pori, dan diameter pori dapat dianalisa dengan isothermis adsorpsi-desorpsi nitrogen pada titik didih nitrogen (77 K) dengan menggunakan alat BET (*Surface Area and Pore Size Analyzer Quantachrome type NOVA 1200e*). Luas area spesifik dihitung dengan menggunakan metode multi-point Brauner-Emmett-Teller (BET) pada $P/P_0 < 0.3$ dan total volume pori dihitung dengan kesatuan pendekatan P/P_0 .

b. **Karakterisasi distribusi rata-rata ukuran partikel dengan menggunakan analisa *Particle Size Analyzer (PSA, Malvern Zetasizer)*.**

Untuk mengetahui ukuran partikel yang terdapat pada larutan silika di daerah anoda diuji dengan alat PSA. Sampel harus dalam bentuk cairan yang nantinya dimasukkan ke dalam kuvet yang telah disediakan kemudian nantinya akan ditembakkan cahaya dengan intensitas tertentu setelah itu cahaya yang telah

ditembakan diserap kembali lalu diterjemahkan dalam satuan panjang diameter (nm).

c. **Karakterisasi morfologi dan komposisi produk dengan SEM & EDAX (SEM Phenom & PANalytical type minipal 4).**

Komposisi produk dengan menggunakan uji *Energy Dispersive X-ray Analysis* (EDAX, PANalytical type minipal 4). Untuk pengujian morfologi serbuk silika yang dihasilkan dilakukan dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*) dan EDAX (*Energy Dispersive X-Ray Analysis*). Alat ini bekerja dengan memfokuskan sinar elektron berenergi tinggi untuk menghasilkan difraksi sinar pada permukaan sampel. Difraksi ini menghasilkan sinyal yang berasal dari interaksi elektron dengan sampel sehingga dapat terlihat morfologi eksternalnya (tekstur), komposisi kimia, struktur kristal serta orientasi bahan penyusunnya.

d. **Analisa Kadar Na di Daerah Katoda.**

Untuk mengetahui kadar Na yang berada di daerah katoda menggunakan analisa *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS). Analisa ini dilakukan juga untuk membuktikan bahwa Na dapat bermigrasi melalui membrane di antara anoda dan katoda.

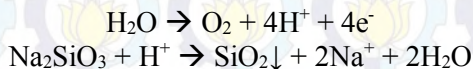
BAB IV

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

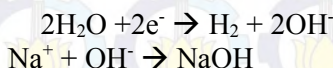
Penelitian ini bertujuan menghasilkan serbuk silika dengan metode elektrolisis. Pada penelitian ini, sumber silika yang digunakan berasal dari larutan natrium silika/*water glass* komersial yang diencerkan. Terdapat dua perlakuan dalam pengenceran yaitu dengan H₂O dan dengan larutan NaCl. Elektroda yang kami gunakan adalah karbon (C) yang bersifat inert sehingga tidak ikut bereaksi ketika elektrolisis berlangsung. Sintesa serbuk silika dengan metode elektrolisis ini menggunakan *DC power supply*. Hambatan (Ω) pada elektrolisis ini bisa berupa jarak antara elektroda positif dengan elektroda negatif dan komponen-komponen (larutan) yang berada diantara kedua elektroda tersebut. Pada percobaan yang telah dilakukan, gelembung udara di bagian anoda dan katoda mulai bermunculan ketika potensial yang diberikan sebesar ± 5 volt. Oleh karena itu, perbedaan potensial yang kami gunakan untuk percobaan ini adalah 5 volt. Setelah elektrolisis, silika yang dihasilkan, dikarakterisasi dengan menggunakan uji PSA untuk melihat distribusi ukuran partikel dan uji BET untuk mengetahui *surface area*.

Penelitian ini dilakukan dengan 3 perlakuan yang berbeda yaitu dengan elektrolisis langsung, pengenceran dengan H₂O, dan pengenceran dengan larutan NaCl. Reaksi yang terjadi di bagian anoda adalah reaksi oksidasi air dan di bagian katoda adalah reaksi reduksi air. Reaksi yang terjadi sebagai berikut:

Pada anoda:



Pada katoda:

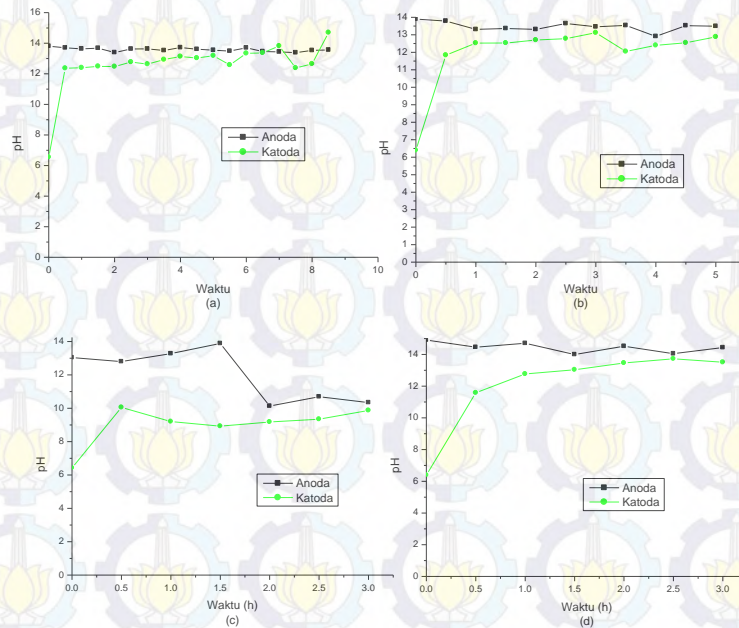


Larutan NaOH dapat terbentuk karena ion Na⁺ di daerah anoda dapat menembus membran kation, sehingga Na⁺ yang sudah melewati membran akan bereaksi dengan OH⁻ yang terbentuk dari

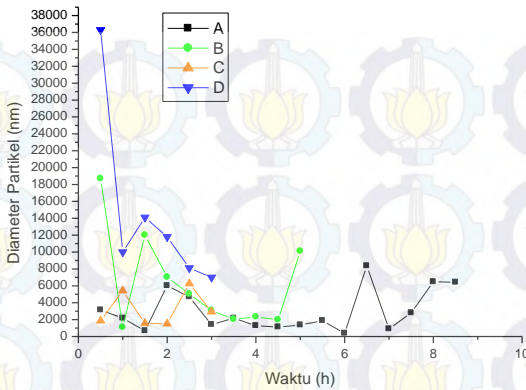
reaksi reduksi air. Untuk perlakuan pada pengenceran dengan larutan NaCl, ion Cl^- dari larutan tersebut digunakan sebagai *counter ion* saat elektrolisis berlangsung.

IV.1 Tanpa Pengenceran

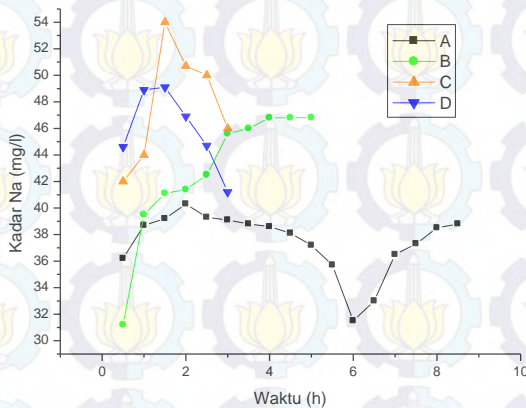
Kami mengamati perubahan pH, distribusi ukuran partikel silika (di bagian anoda), dan kadar Na (di bagian katoda) selama elektrolisis berlangsung setiap 30 menit sekali. Hasil pH, distribusi rata-rata ukuran partikel, dan kadar Na terhadap waktu dari percobaan ini sebagai berikut:



Gambar IV.1 Grafik pH terhadap waktu (jam) sampel tanpa pengenceran: (a) larutan A; (b) larutan A dengan pengurangan; (c) larutan B; (d) larutan B dengan arus tinggi.



Gambar IV.2 Grafik diameter rata-rata ukuran partikel yang terbentuk (nm) terhadap waktu (jam) pada sampel tanpa pengenceran: (a) larutan A; (b) larutan A dengan pengurangan; (c) larutan B; (d) larutan B dengan arus tinggi.



Gambar IV.3 Grafik Kadar Na (mg/l) terhadap waktu (h) pada sampel tanpa pengenceran: (a) larutan A; (b) larutan A dengan pengurangan; (c) larutan B; (d) larutan B dengan arus tinggi.

PH yang dihasilkan pada perlakuan ini hanya menurun sedikit jika dibandingkan dengan kondisi pH awal sebelum di elektrolisis. Hal ini terjadi karena, walaupun pada anoda terjadi reaksi oksidasi air yang menghasilkan ion H^+ , ion Na^+ di daerah anoda masih sangat tinggi. Terbentuk dan tidaknya endapan bisa disebabkan oleh hubungan antara kelarutan SiO_2 dan adanya ion Na^+ . Banyaknya ion Na^+ yang terdapat di daerah anoda membuat kelarutan SiO_2 tinggi. Ion Na^+ ini selanjutnya bermigrasi ke daerah katoda dan seiring berjalannya waktu ion Na^+ menjadi jenuh.

Dari keempat percobaan pada perlakuan ini yang menghasilkan endapan silika adalah percobaan dengan pengurasan. Pengurasan disini maksudnya yaitu, mengambil larutan $NaOH$ yang terbentuk pada bagian katoda lalu menggantikannya dengan *fresh water* yaitu aquades. Pengurasan pada percobaan ini dilakukan pada jam ke-3. Percobaan dengan pengurasan ini yang mengindikasikan terbentuknya endapan pada percobaan ini karena ketiga percobaan lainnya tidak menghasilkan endapan. Ketika dilakukan pengurasan, pH pada bagian anoda sempat turun. *Fresh water* akan membuat ion Na^+ mulai bermigrasi kembali ke daerah katoda. Migrasi ini membuat kadar Na^+ di anoda berkurang dan menurunkan kelarutan SiO_2 sehingga endapan silika dapat terbentuk hingga ion Na^+ yang bermigrasi ke daerah katoda berhenti karena jenuh kembali. Pada percobaan dengan menggunakan arus tinggi, elektroda karbon di bagian anoda tergerus menjadi serbuk karbon. Hal ini terjadi karena arus yang diberikan dari *power supply* terlalu tinggi.

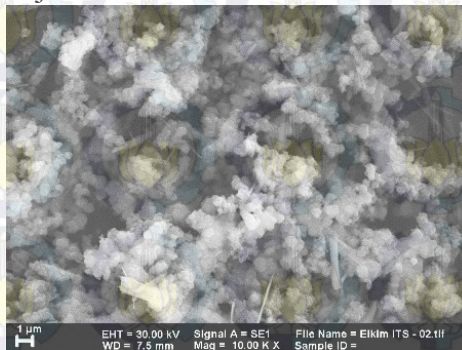
Percent recovery yang didapat pada percobaan ini adalah 2.37%, dan *surface area* adalah $103.3 \text{ m}^2/\text{gr}$. *Percent recovery* didapat dari hasil kali massa yang terbentuk dibagi jumlah silika di dalam larutan lalu dikali 100%. Endapan yang terbentuk kemudian diuji analisa EDX dan SEM. Berikut hasil uji EDX:

Tabel IV.1 EDX sampel tanpa perlakuan dengan pengurasan

<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
O	37.14	56.09
Zn	18.87	6.97
Al	12.39	11.09
Si	27.43	23.6
Ca	2.61	1.57
Fe	1.56	0.68

Dari hasil analisa EDX terlihat bahwa munculnya unsur yang tidak diinginkan seperti Zn, Al, Ca, dan Fe. Hal ini bisa terjadi dikarenakan adanya kontaminasi serbuk silika saat akan dianalisa EDX.

Berikut hasil uji SEM:

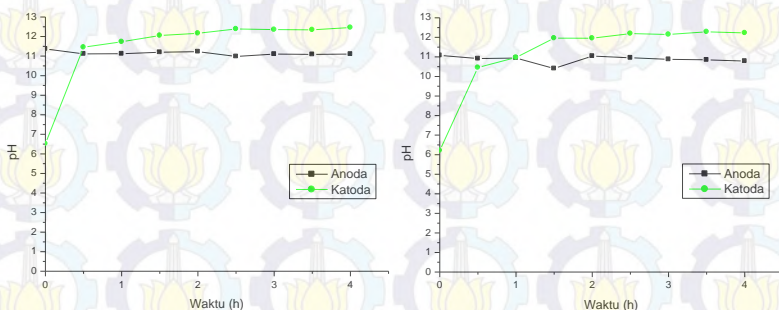


Gambar IV.4 Hasil uji SEM sampel tanpa perlakuan dengan pengurasan

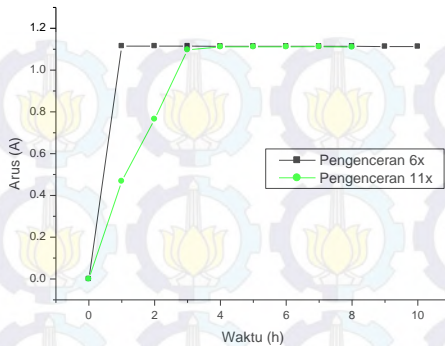
Dari hasil analisa SEM terlihat butiran-butiran yang tersebar dan memperlihatkan struktur berpori. Hal ini menunjukkan bahwa partikel silika membentuk struktur platelet teragregasi.

IV.2 Pengenceran dengan H₂O

Kami mengamati perubahan pH dan arus yang dihasilkan setiap 30 menit sekali selama elektrolisis berlangsung dengan voltase sebesar ± 5 V.



Gambar IV.5 Grafik pH terhadap waktu (jam) sampel pengenceran dengan H₂O: (a) pengenceran 6x; (b) pengenceran 11x.



Gambar IV.6 Grafik arus (A) terhadap waktu (jam) pengenceran dengan H₂O.

Sama seperti perlakuan sebelumnya, pada perlakuan ini percobaan tidak dapat menurunkan pH di bagian anoda setelah dielektrolisis, melainkan pada pengenceran dengan H₂O ini menghasilkan gumpalan silika yang menempel dan mengeras di bagian elektroda (anoda). Hal ini disebabkan karena di sekitar anoda lebih asam jika dibandingkan dengan daerah di sekitar membran karena pada bagian di sekitar anoda menghasilkan ion H⁺ hasil dari reaksi oksidasi air yang dapat menurunkan pH. hasil dari reaksi Grafik pH dan arus terhadap waktu antara pengenceran 6x dan 11x memperlihatkan hasil yang tidak terlalu berbeda.

Dari perlakuan yang sudah dilakukan sebelumnya, dimana pH di anoda tidak dapat turun karena adanya kesetimbangan dalam larutan antara ion positif dan ion negatif. Ion positif disini ada H⁺ dan Na⁺, sedangkan ion negatif hanya OH⁻. Menurut prinsip elektronetralitas, jumlah ion positif harus sama dengan jumlah ion negatif:



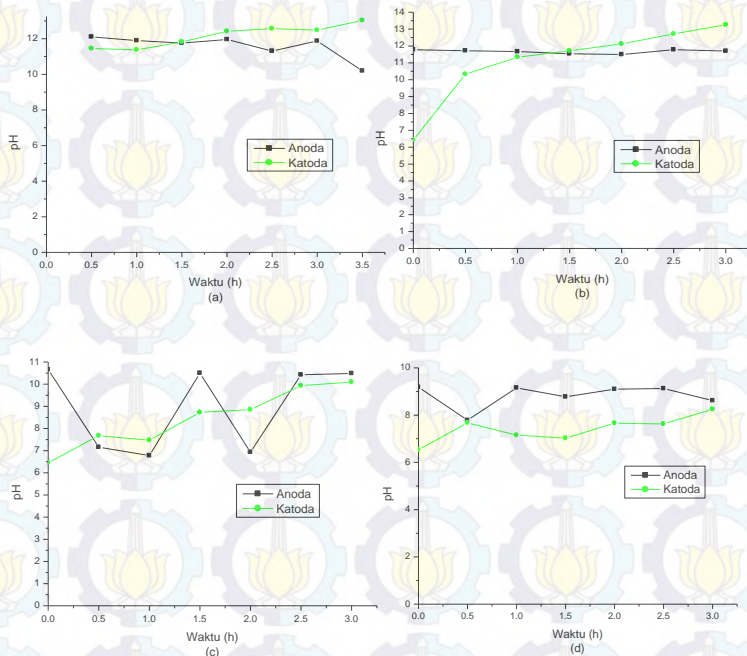
Dimana n adalah jumlah mol. Ion H^+ dihasilkan dari reaksi oksidasi air di anoda, maka kesetimbangan akan bergeser ke arah H_2O . Reaksi kesetimbangannya sebagai berikut:

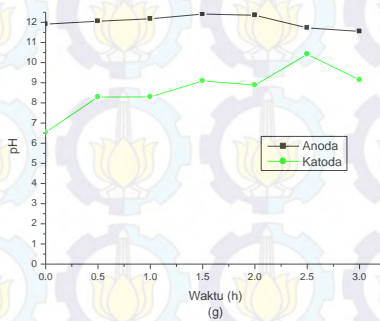
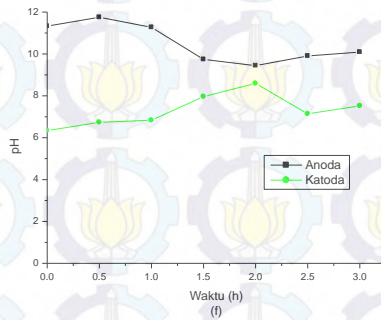
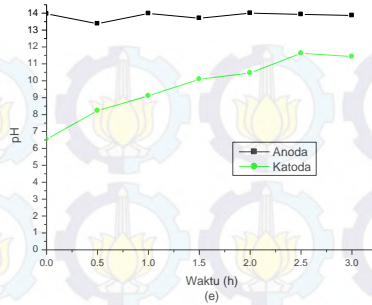


Namun karena adanya ion Na^+ , hal ini yang menyebabkan pH pada bagian anoda tidak dapat turun.

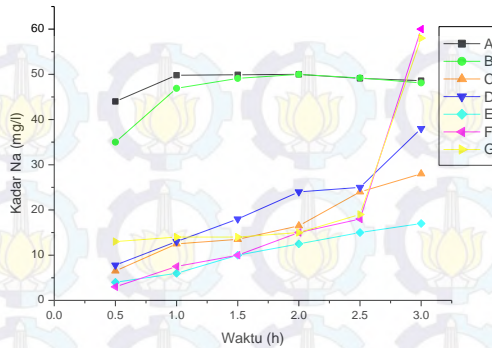
IV.3 Pengenceran dengan Larutan NaCl

Berikut hasil pH, distribusi rata-rata ukuran partikel (di anoda), dan kadar Na (di katoda):

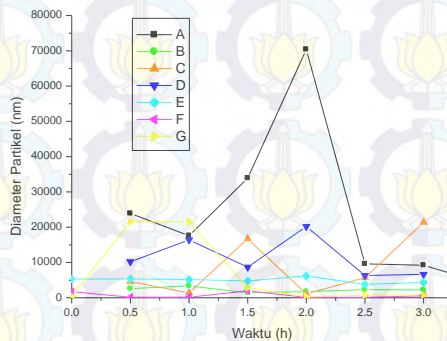




Gambar IV.7 Grafik pH terhadap waktu (jam) sampel pengenceran dengan larutan NaCl: (a) NaCl jenuh, silika 2.45%; (b) NaCl 20%, silika 2.45%; (c) NaCl 15%, silika 2.45%; (d) NaCl 10%, silika 2.45%; (e) NaCl 15%, silika 2%; (f) NaCl 15%, silika 7%; (g) NaCl 15%, silika 5%.



Gambar IV.8 Grafik Kadar Na (mg/l) terhadap waktu (jam) sampel pengenceran dengan larutan NaCl: (a) NaCl jenuh, silika 2.45%; (b) NaCl 20%, silika 2.45%; (c) NaCl 15%, silika 2.45%; (d) NaCl 10%, silika 2.45%; (e) NaCl 15%, silika 2%; (f) NaCl 15%, silika 7%; (g) NaCl 15%, silika 5%.

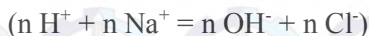


Gambar IV.9 Grafik distribusi rata-rata ukuran partikel (nm) terhadap waktu (jam) pada sampel pengenceran dengan larutan NaCl: (a) NaCl jenuh, silika 2.45%; (b) NaCl 20%, silika 2.45%; (c) NaCl 15%, silika 2.45%; (d) NaCl 10%, silika 2.45%; (e) NaCl 15%, silika 2%; (f) NaCl 15%, silika 7%; (g) NaCl 15%, silika 5%.

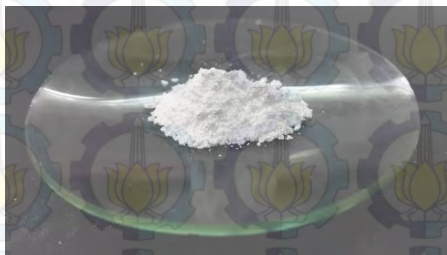
Dari pembahasan sebelumnya, pH di anoda yang tidak dapat turun karena tidak adanya ion negatif lain yang dapat melawan ion positif. Oleh karena itu sebelum dielektrolisis, larutan silika/*water glass* diencerkan terlebih dahulu dengan menggunakan larutan NaCl. Tujuan dari penambahan larutan NaCl ini adalah ion Cl^- akan melawan ion positif yang akan membantu menurunkan pH larutan saat elektrolisis berlangsung. Reaksi kesetimbangan air sebagai berikut:



Karena pada bagian anoda terdapat ion Na^+ , kesetimbangan bergeser ke arah kiri. Dengan adanya Cl^- akan membantu melawan ion positif yang ada di bagian anoda sehingga prinsip elektronetralitas, jumlah ion positif harus sama dengan jumlah ion negatif menjadi:



Hal ini dibuktikan dari grafik-grafik pH terhadap waktu diatas, dan adanya endapan yang terbentuk saat dan setelah elektrolisis dilakukan.



Gambar IV.10 Serbuk silika hasil elektrolisis

Endapan dari masing-masing percobaan kemudian disaring dan lalu dikeringkan di dalam oven selama ± 18 jam pada suhu 80°C . setelah itu, endapan ditimbang untuk mendapatkan jumlah massa yang didapatkan, diuji dengan BET untuk mendapatkan *surface area*, dan uji EDX untuk melihat komposisi unsur

endapan. Berikut *percent recovery*, *surface area* dan komposisi endapan yang di dapat:

Tabel IV.2 *Percent recovery* endapan dari pengenceran dengan larutan NaCl

<i>Nama sampel</i>	<i>% Recovery</i>
NaCl jenuh, kadar silika 2.45%	5.3
NaCl 20%, kadar silika 2.45%	7.02
NaCl 15%, kadar silika 2.45%	8.6
NaCl 10%, kadar silika 2.45%	1.98
NaCl 15%, kadar silika 2%	1.15
NaCl 15%, kadar silika 7%	1.22
NaCl 15%, kadar silika 5%	0.65

Tabel IV.3 Hasil dari uji BET

<i>Nama sampel</i>	<i>Surface Area (m²/g)</i>
NaCl jenuh	52.846
NaCl 20%	21.561
NaCl 15%	199.373
NaCl 10%	95.703
NaCl 15%, silika 2%	375.632
NaCl 15%, silika 7%	54.229
NaCl 15%, silika 5%	173.239

Tabel IV.4 EDX sampel NaCl Jenuh

<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
O	51.55	64.68
Na	4.75	4.15
Si	43.23	30.9

Tabel IV.5 EDX sampel NaCl 20%

<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
O	38.89	52.5
Na	4.07	3.82
Si	55.92	43
Cl	1.12	0.68

Tabel IV.6 EDX sampel NaCl 15%

<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
O	47.36	61.14
Na	0.89	0.8
Si	51.76	38.06

Tabel IV.7 EDX sampel NaCl 10%

<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
O	44.36	57
Na	18.9	16.9
Si	31.55	23.09
Cl	5.19	3.01

Tabel IV.8 EDX sampel NaCl 15%, silika 2%

<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
O	49.19	62.71
Na	2.37	2.1
Si	48.45	35.19

Tabel IV.9 EDX sampel NaCl 15%, silika 5%

<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
O	47.44	61.01
Na	3.06	2.73
Si	49.5	36.26

Dari hasil EDX diatas masih ada unsur Cl pada endapan, hal ini bisa terjadi karena masih ada uncur Cl yang lolos ketika proses penyaringan dan pencucian dilakukan. *Percent recovery* yang paling besar pada sampel pengenceran *water glass* 11x dengan larutan NaCl 15% (kadar $\text{SiO}_2 = 2.45\%$) dan untuk hasil EDAX yang paling baik, dilihat dari persen silika yang paling besar yaitu pada sampel pengenceran *water glass* 11x dengan larutan NaCl 20% (kadar $\text{SiO}_2 = 2.45\%$).

BAB V

KESIMPULAN

V.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Serbuk silika dapat disintesa dengan metode elektrolisis.
2. Sintesa dilakukan dengan cara melakukan pengurasan/mengganti air yang ada di bagian katoda dan dengan cara mengencerkan larutan natrium silika/*water glass* dengan larutan NaCl.
3. *Percent recovery* yang paling baik pada sampel pengenceran *water glass* 11x dengan larutan NaCl 15% (kadar $\text{SiO}_2 = 2.45\%$) dan untuk hasil EDAX yang paling baik, dilihat dari persen silika yang paling besar yaitu pada sampel pengenceran *water glass* 11x dengan larutan NaCl 20% (kadar $\text{SiO}_2 = 2.45\%$).



DAFTAR PUSTAKA

- Dong, H., March. 2002. "Organic-Inorganic Hybrid Mesoporous Materials and their Application as Host Matix for Protein Molecules", *Doctoral Thesis, Drexel University*.
- Han, Sang Hoon dkk. *Control of Pore Characteristics in Carbon Molecular Sieve Membranes (CMSM) Using Organic/Inorganic Hybrid Materials*. Elsevier Journal:Desalination 233 88–95. (2008).
- Iler, Ralph K. *The Chemistry of Silica*. John Willey and Sons. New York (1978).
- Iskandar, F., 2002. "Preparation of Nanostructured Particles Using Spray Methode and Their Application", *Doctoral Thesis, Hiroshima University*.
- Jia, J., Zhou, X., Caruso, R. A., and Antonietti, M., Nov. *Synthesis of Microporous Silica Templated by Gelatin*. Chemistry Letters, 33: 202-203. (2003).
- Lu, X., Zhang, W., Xiu, J., He, R., Chen, L., and Li, X., Jan. 2003. "Removal of the Template Molecules from MCM-4 with Superdritical Fluid in a Flow Apparatus", *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 42: 653-656.
- Setyawan, H., Balgis, R. *Preparation of Mesoporous Silicas from Sodium Silicate Using Gelatin Templating*. Asia-Pacific Journal of Chemical Engineering. (2011).
- Vansant, E.F. dkk. *Characterization and Chemical Modification of the Silica Surface*. Elsevier Science (1995).

BIOGRAFI PENULIS



FADHIL GHOFFAR atau yang akrab dipanggil fadil, dilahirkan di Jakarta pada 4 Januari 1993. Penulis merupakan anak kedua dari empat bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal sejak tahun 1999 di SD Negeri 10 Kebon Jeruk Jakarta Barat, SMP Negeri 75 Jakarta, dan SMA Insan Cendekia Alkausar Sukabumi. Setelah lulus dari SMA, penulis meneruskan pendidikan formalnya di Strata 1 Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya pada tahun 2011. Semasa kuliah, penulis mempunyai hobi bermusik dan berolahraga serta penulis juga mengikuti organisasi dan kepanitian di lingkup kampus. Selain itu, penulis juga pernah melaksanakan kerja praktek di PT. Pertamina RU IV Cilacap pada tahun 2014. Tugas Akhir, sebagai syarat kelulusan jenjang S-1 ditempuh penulis di Laboratorium Elektrokimia dan Korosi, di bawah bimbingan Ir. Minta Yuwana, M.S dan Prof. Dr. Heru Setyawan, M.Eng dengan judul “Sintesis Partikel Silika Dari Natrium Silika Di Daerah Anoda Sel Elektrokimia”. Penulis dapat dihubungi melalui email: fadhilghoffar@yahoo.co.id

BIOGRAFI PENULIS



HAPPY RAMADHAN dilahirkan di Jakarta pada 21 Maret 1993 dan merupakan anak ketiga dari empat bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal sejak tahun 1999 di SD Negeri Kenari 08, SMP Negeri 115 Jakarta, dan SMA Negeri 8 Jakarta. Setelah lulus dari SMA, penulis melanjutkan studi S1 Teknik Kimia di Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya pada tahun 2011. Semasa kuliah, penulis mempunyai hobi berolahraga. Selain itu, penulis juga pernah melaksanakan kerja praktek di PT. Pertamina RU IV Cilacap. Tugas Akhir, sebagai syarat kelulusan jenjang S-1 ditempuh penulis di Laboratorium Elektrokimia dan Korosi, di bawah bimbingan Prof. Dr. Heru Setyawan, M.Eng dan Ir. Minta Yuwana, M.S dengan bidang Sintesis Partikel Silika Dari Natrium Silika Di Daerah Anoda Sel Elektrokimia. Penulis dapat dihubungi melalui email: ramadhan.happy@gmail.com